

Cara uji kimia kadar kobal Dalam baja dengan metode fotometri

DAFTAR ISI

	Halaman
1. RUANG LINGKUP	1
2. CARA UJI	1
3. LAPORAN	4

CARA UJI KIMIA KADAR KOBAL DALAM BAJA DENGAN METODA FOTOMETRI

1. RUANG LINGKUP

Standar ini merupakan cara uji kimia kadar kobal dalam baja, dengan batas kandungan kobal 0,01—0,30%.

2. CARA UJI

2.1 Cara Pengambilan Contoh

Pengambilan contoh uji sesuai dengan ASTM. E.59-1978.

2.2 Metode fotometri dengan garam nitroso R

$\{(1 - \text{NOC}_{10}\text{H}_4 - 2 - (\text{OH}) - 3,6 (\text{SO}_3\text{Na})_2\}$

2.2.1 Prinsip

Ke dalam larutan contoh ditambahkan suspensi seng oksida untuk menghilangkan besi, krom dan vanadium kemudian disaring. Larutan garam nitroso-R ditambahkan ke dalam filtrat larutan contoh yang telah didapat dengan natrium asetat untuk menghasilkan kompleks kobal berwarna jingga. Penambahan asam nitrat untuk memantapkan kompleks kobal dan juga menghancurkan kompleks-kompleks pengganggu.

Pengukuran fotometri pada panjang gelombang 520 nm.

2.2.2 Batas konsentrasi

Batas konsentrasi yang dianjurkan 0,005 sampai 0,15 mg kobal dalam 50 ml larutan, menggunakan Sel 1 cm.

2.2.3 Kestabilan Warna

Warna stabil selama 3 jam.

2.2.4 Pengganggu

Nikel, mangan dan tembaga membentuk kompleks dengan garam nitroso R yang menghambat pembentukan warna kompleks kobal.

Gunakan garam nitroso R dengan 0,15 mg kobal untuk mengembangkan warna yang sempurna dengan adanya unsur-unsur pengganggu 41 mg nikel, 1,5 mg mangan, dan 5 mg tembaga atau 48 mg nikel saja. Warna kompleks dari nikel, mangan dan tembaga dihilangkan dengan larutan asam nitrat panas.

2.2.5 Pereaksi dan peralatan

2.2.5.1 Pereaksi

Semua pereaksi yang digunakan adalah p.a.

2.2.5.1.1 Kobal (Co), larutan standar (1 ml = 0,06 mg Co).

- Keringkan botol timbang dalam pengering pada 130°C selama 1 jam, dinginkan dalam eksikator dan timbang.
- Pindahkan 0,7890 g kobal sulfat (CoSO_4) yang telah dipanaskan pada 550°C selama 1 jam ke dalam botol timbang.
- Keringkan botol timbang dan isinya pada 130°C selama 1 jam, dinginkan dalam eksikator, botol ditutup dan ditimbang.
- Perbedaan berat adalah beratnya CoSO_4 .

- Pindahkan berat CoSO_4 ke dalam gelas piala 400 ml, cuci botol timbang dengan air, dan pindahkan cucian ke dalam gelas piala.
- Tambahkan 150 ml air dan 10 ml HCl pekat (37%), dan panaskan untuk melarutkan garam-garam.
- Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Pindahkan 50 ml dari larutan ini ke dalam labu ukur 500 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Standardisasi
Perhitungan konsentrasi kobal sebagai berikut :
 $\text{Kobal, mg/ml} = \text{berat } \text{CoSO}_4, \text{ g} \times 0,07605.$

2.2.5.1.2 Larutan garam nitroso-R [$1\text{-NOC}_{10}\text{H}_4\text{-2-(OH)-3, 6 (SO}_3\text{Na)}_2$], 7,5 g/liter.

Larutkan 1,50 g garam nitroso-R dengan 150 ml air, saring, dan encerkan menjadi 200 ml. Larutan ini stabil hanya untuk 1 minggu.

2.2.5.1.3 Larutan natrium asetat (CH_3COONa), 500 g/l
Larutkan 500 g Natrium asetat tri hidrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dengan 600 ml air, saring dan encerkan menjadi 1 liter.

2.2.5.1.4 Suspensi seng oksida (ZnO), 165 g/l
Tambahkan 10 g seng oksida (ZnO) ke dalam 60 ml air dan kocok. Disiapkan dalam kondisi segar.

2.2.5.1.5 Asam nitrat (HNO_3): HNO_3 pekat (65%), HNO_3 (1+2).

2.2.5.1.6 Asam klorida (HCl) : HCl pekat (37%).

2.2.5.2 Peralatan

- Fotometer
- Peralatan gelas
- Neraca analitik
- Eksikator
- Pemanas
- Pengering 150°C
- Botol timbang
- Botol semprot
- Kertas saring

2.2.6 Prosedur

2.2.6.1 Persiapan kurva kalibrasi

2.2.6.1.1 Larutan kalibrasi

Pipet larutan standar kobal (1 m) = 0,06 mg Co) masing-masing sebanyak 2; 5; 10; 15; 20 dan 25 ml) dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda tera dan kocok. Pipet 10 ml dari setiap larutan dan masukkan ke dalam labu ukur gelas boro silikat 50 ml. Prosedur selanjutnya seperti pada 2.2.6.1.3.

2.2.6.1.2 Larutan blanko

Masukkan 10 ml air ke dalam labu ukur 50 ml. Prosedur selanjutnya seperti pada 2.2.6.1.3.

2.2.6.1.3 Perkembangan warna

- Tambahkan 5 ml larutan natrium asetat, dan kocok.
- Dengan menggunakan pipet, tambahkan 10 ml larutan garam nitroso-R, dan kocok.
- Letakkan labu dalam air mendidih sampai ke dalaman 15 mm.
- Setelah 6 sampai 10 menit tambahkan HNO_3 (1+2) dan kocok. Lanjutkan pemanasan selama 2 sampai 4 menit.
- Dinginkan larutan pada suhu kamar.
- Encerkan sampai tanda tera, dan kocok.

2.2.6.1.4 Fotometri

Ukur serapan larutan blanko dan larutan kalibrasi dengan menggunakan panjang gelombang 520 nm.

2.2.6.1.5 Kurva kalibrasi

Alurkan hasil pembacaan fotometri larutan kalibrasi terhadap miligram kobal per 50 ml larutan.

2.2.6.2 Larutan Uji

- Timbang 0,50 g contoh dengan ketelitian 0,2 mg.
- Masukkan ke dalam labu ukur gelas borosilikat 100 ml.
- Tambahkan 5 ml suatu campuran 1 volume HNO_3 pekat (65%) dan 3 volume HCl pekat (37%).
- Panaskan perlahan-lahan sampai contoh larut.
- Didihkan larutan sampai asap coklat hilang.
- Dinginkan, tambahkan 50 sampai 55 ml air, dan didinginkan lagi.
- Tambahkan suspensi ZnO kira-kira 5 ml sampai besi diendapkan dengan dikocok kuat-kuat pada setiap penambahan, dan lebihkan penambahan ZnO .
- Encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Biarkan presipitat mengendap.
- Saring bagian dari larutan dengan menggunakan kertas saring halus.
- Tampung dalam gelas piala kering 150 ml sesudah membuang 10 sampai 50 ml filtrat pertama.
- Pipet 10 ml filtrat dan masukkan ke dalam labu ukur gelas boro silikat 50 ml.
- Prosedur selanjutnya seperti pada 2.2.6.4.

2.2.6.3 Larutan blanko

- Masukkan 10 ml air ke dalam labu ukur 50 ml.
- Prosedur selanjutnya seperti pada 2.2.6.4.

2.2.6.4 Perkembangan warna

Prosedur seperti pada 2.2.6.1.3.

2.2.6.5 Fotometri

Ukur serapan larutan uji seperti pada 2.2.6.1.4.

2.2.7 Perhitungan

- 2.2.7.1 Konversikan pembacaan fotometri larutan uji dalam berat kobal (mg) dengan bantuan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar kobal} = \frac{A}{(B \times 10)} \%$$

A = berat kobal (mg) yang diperoleh dalam 50 ml larutan akhir (2.2.6.5).

B = berat contoh (g) yang ada dalam 50 ml larutan akhir. (2.2.6.2)

3. LAPORAN

Penetapan kadar Co dalam Baja

- 3.1 No. Contoh :
- 3.2 Bahan :
- 3.3 Dibuat untuk :
- 3.4 Contoh diterima tanggal :
- 3.5 Tanggal Pengujian :
- 3.6 Metoda :
- 3.7 Hasil analisis kimia dari contoh asli dalam % berat
 - 1.
 - 2.
 - 3.
 - 4. Rata-rata
- 3.8 Nama Penguji :
- 3.9 Tanda tangan/tanggal :



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id